

## PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI ELEKTRODA SELEKTIF ION SULFAT TIPE KAWAT TERLAPIS BERBASIS PIROPILIT

Syafira Ayu Deviana, Qonitah Fardiyah\*, Atikah

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya  
Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835  
Email: fardiyah@ub.ac.id

### ABSTRAK

Telah dibuat dan dikarakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) sulfat tipe kawat terlapis berbasis piropilit. Piropilit merupakan salah satu bahan anorganik yang belum banyak dikembangkan dan memiliki sifat sebagai penukar ion sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan aktif membran. Variabel penelitian ini meliputi variasi komposisi membran penyusun ESI sulfat dan waktu perendaman membran agar diperoleh karakteristik dasar ESI sulfat yang *Nernstian* secara potensiometri. Karakterisasi dasar ESI sulfat yang dipelajari dalam penelitian ini meliputi Faktor Nernst, kisaran konsentrasi linier, batas deteksi, waktu respon serta usia pemakaian. Hasil penelitian menunjukkan komposisi optimum membran dengan perbandingan 49% : 3% : 16% : 32% (b/b) antara piropilit : karbon aktif : polivinilklorida (PVC) : dioktilftalat (DOP) dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan waktu perendaman optimum membran selama 30 menit. Kisaran konsentrasi sulfat yang memberikan respon *Nernstian* terbaik  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  M atau 0,96-9600 ppm sulfat dengan kepekaan rata-rata sebesar 29,23 mV/dekade konsentrasi. Batas deteksi untuk ESI sulfat ini adalah  $1,15 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 0,1104 ppm sulfat dengan waktu respon 80 detik dan usia pemakaian selama 51 hari.

**Kata kunci:** Faktor Nernst, piropilit, potensiometri, sulfat

### ABSTRACT

There has been made and characterized coated wire sulfate Ion Selective Electrode (ISE) based pyrophyllite. Pyrophyllite is one of inorganic materials that rarely developed and has a characteristic as ion exchanger so that it can be used as a membran active material. Variables on this study include variations of composition membrane arranged sulfate ISE and immersion time membrane in order to obtain the basic *Nernstian* characteristics of the sulfate ISE by potentiometric. Basic Characterization of sulfate ISE are studied in this research include Nernst factor, range of linear concentration, limit detection, response time and life time. The results showed the optimum composition of membrane with ratio of 49% : 3% : 16% : 32% (w/w) between pyrophyllite : activated carbon : polivinilklorida (PVC) : dioktilftalat (DOP) in tetrahydrofuran (THF) solvent with membrane optimum immersion time for 30 minutes. Range of Sulfate concentration that provides the best *Nernstian* response of  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  M or 0.96-9600 ppm sulfate with an average sensitivity of 29.23 mV/decade of concentration. The detection limit for sulfate ISE  $1.15 \times 10^{-6}$  M or equivalent to 0.1104 ppm sulfate with 80 seconds response time and lifetime for 51 days.

**Keywords:** Nernst factor, pyrophyllite, potentiometric, sulfate

### PENDAHULUAN

Air merupakan kebutuhan utama dalam kehidupan manusia, salah satu kontaminan yang terdapat di dalam air adalah sulfat. Berdasarkan *Secondary Maximum Contaminant Level (SMCL)*, batas maksimum sulfat dalam air minum adalah 250 mg/L [1]. Sumber utama

sulfat adalah air tanah, proses pelapukan kimia dan analisis mineral-mineral yang mengandung sulfat seperti pyrit, oksidasi sulfida, sulfur dan sisa-sisa tanaman dan hewan [2].

Elektroda Selektif Ion (ESI) merupakan salah satu metode untuk kepentingan analisis seperti analisis kandungan sulfat dalam air. ESI adalah sel setengah elektrokimia (elektroda) yang menggunakan membran selektif ion sebagai elemen pengenalan (sensor) [3]. Sehingga jenis dari bahan membran dalam pembuatan ESI sangat mempengaruhi baik tidaknya suatu ESI untuk dapat digunakan dengan selektifitas dan sensitivitas yang baik.

Salah satu ESI sulfat yang telah dikembangkan sebelumnya [4] adalah ESI sulfat bermembran zeolit dengan batas deteksi sebesar  $4,27 \times 10^{-6}$  M (0,410 ppm sulfat), waktu respon 70 detik, dan usia pemakaian selama 41 hari. Selain itu ESI sulfat berbasis kitosan dari cangkang udang jerbung (*Penaeus merguinesis*) juga pernah dikembangkan [5]. ESI sulfat ini memiliki batas deteksi sebesar  $2,82 \times 10^{-5}$  M (2,71 ppm sulfat), waktu respon 90 detik, dan usia pemakaian selama 37 hari. Dari data kuantitatif tersebut diperoleh perbandingan bahwa ESI dengan menggunakan membran aktif dari bahan anorganik memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan elektroda dengan membran aktif dari bahan organik diantaranya dapat dilihat dari batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya maka perlu dikembangkan lebih lanjut mengenai ESI sulfat bermembran aktif dari bahan anorganik. Piropilit merupakan salah satu bahan anorganik yang belum banyak dimanfaatkan namun keberadaannya di alam terdapat dalam jumlah yang melimpah. Piropilit memiliki struktur yang terdiri dari lapisan-lapisan tetrahedral-oktahedral-tetrahedral mempunyai peran dalam mengadsorpsi ataupun penukar ion [6]. Piropilit yang memiliki sifat sebagai penukar ion inilah yang memberikan peluang pada piropilit untuk dimanfaatkan lebih lanjut sebagai bahan aktif dalam pembuatan ESI.

Dalam pembuatan ESI sulfat berbasis piropilit harus diketahui perbandingan komposisi membran dan waktu perendaman yang optimum sehingga diperoleh suatu ESI sulfat yang *Nernstian*. Komposisi membran yang optimum akan menghasilkan membran selektif ion yang berfungsi sebagai sensor ion. Waktu perendaman untuk menjenuhkan ESI dengan ion sulfat merupakan hal penting lainnya yang harus diperhatikan dimana waktu perendaman optimum akan dihasilkan kinerja ESI yang maksimum. Karakteristik ESI ditunjukkan oleh beberapa parameter antara lain Faktor Nernst, kisaran konsentrasi, batas deteksi, waktu respon dan usia pemakaian.

Selektivitas pengukuran elektroda terhadap suatu ion tertentu dapat dilihat dari harga Faktor Nernst. Faktor Nernst ditentukan dengan cara membuat kurva hubungan potensial (E) terhadap  $-\log$  aktifitas ion X yang ditunjukkan dengan besarnya kemiringan (slope) garis dari kurva tersebut [7]. Dari uraian di atas maka dalam penelitian ini dikembangkan pemanfaatan mineral alam piropilit sebagai bahan aktif membran dalam pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis.

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan alat**

Bahan yang digunakan antara lain: piropilit, karbon aktif, pemlastis dioktilfat (DOP) (Sigma), polivinilklorida (PVC) (Sigma), Tetrahidrofuran (THF), batang plastik polietilen, kawat Pt (diameter 0,5 mm dan panjang 5 cm), kabel *NYAF*, jek banana,  $\text{HNO}_3$  65% (v/v), padatan  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , padatan  $\text{K}_2\text{SO}_4$ , padatan  $\text{AgNO}_3$ , dan akuades.

Peralatan yang dibutuhkan antara lain: potensiometer Schott Gerate model CG 820, elektroda pembanding Ag/AgCl, neraca analitik merek Adventurer model AR 2130, oven Memmert U30, tanur Nabertherm model N-31, pengaduk magnet, kertas Whatman No. 40.

### **Prosedur pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis**

Preparasi bahan aktif dilakukan dengan cara serbuk piropilit direndam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  2 M selama 24 jam. Hasil perendaman disaring dan residu dibilas dengan akuades sampai filtrat bebas ion  $\text{Cl}^-$ , kemudian dipanaskan dalam tanur pada temperatur 550 °C selama 4 jam. Pembuatan membran dilakukan dengan cara mencampurkan bahan membran yang terdiri atas piropilit, karbon aktif, PVC, dan DOP dalam pelarut THF. Campuran membran dilapiskan pada kawat Pt kemudian dapat dikeringkan di udara terbuka dan dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 50 °C selama 12 jam. Kawat platina yang telah terlapisi membran didinginkan dan direndam dengan larutan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  0,4 M.

### **Optimasi komposisi bahan penyusun dan waktu perendaman membran ESI sulfat**

ESI tipe kawat terlapis dengan komposisi tertentu digunakan untuk mengukur potensial larutan  $\text{K}_2\text{SO}_4$   $1 \times 10^{-8}$ ,  $1 \times 10^{-7}$ ,  $1 \times 10^{-6}$ ,  $1 \times 10^{-5}$ ,  $1 \times 10^{-4}$ ,  $1 \times 10^{-3}$ ,  $1 \times 10^{-2}$ ,  $1 \times 10^{-1}$  M. Optimasi waktu perendaman dilakukan dengan cara ESI Sulfat direndam dalam larutan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  0,4 M dengan variasi waktu 0, 10, 20 30, 40, 50, 70, dan 80 menit dan digunakan untuk mengukur potensial larutan uji  $\text{K}_2\text{SO}_4$   $1 \times 10^{-8}$ - $1 \times 10^{-1}$  M.

### **Karakterisasi dasar ESI sulfat**

Penentuan Faktor Nernst dilakukan dengan cara mengukur potensial yang dihasilkan oleh ESI Sulfat pada variasi konsentrasi larutan uji menggunakan elektroda Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Data hasil pengukuran yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara E (mV) terhadap  $-\log a_{\text{sulfat}}$ , sehingga diperoleh harga Faktor Nernst, kisaran konsentrasi linier, batas deteksi. Penentuan waktu respon dilakukan dengan pengukuran potensial larutan  $\text{K}_2\text{SO}_4$  setiap selang waktu 10 detik mulai dari 10 detik pertama sampai 180 detik. Penentuan usia pemakaian ditunjukkan dengan seberapa jauh harga Faktor Nernstnya terhadap waktu (hari).

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Pembuatan ESI sulfat tipe kawat terlapis**

Elektroda selektif ion dipengaruhi oleh komposisi membran penyusunnya dalam kinerjanya yang optimal. Pada penelitian ini digunakan piropilit sebagai bahan aktif, sedangkan bahan pendukung membran terdiri dari polivinilklorida (PVC), pemlastis dioktilfat (DOP), karbon aktif dan pelarut Tetrahidrofuran (THF). Piropilit digunakan sebagai bahan aktif membran karena piropilit merupakan mineral alam yang memiliki fungsi sebagai adsorben maupun sebagai penukar ion. Piropilit yang digunakan sebagai bahan aktif penyusun membran, terlebih dahulu dilakukan tahap preparasi yaitu aktivasi piropilit, agar memiliki situs positif sehingga dapat berperan sebagai penukar anion yang dibentuk melalui proses kalsinasi piropilit. Melalui proses kalsinasi, transmisi fasa penataan ulang akan merubah bentuk piropilit menjadi teratur dan dapat membentuk situs positif.

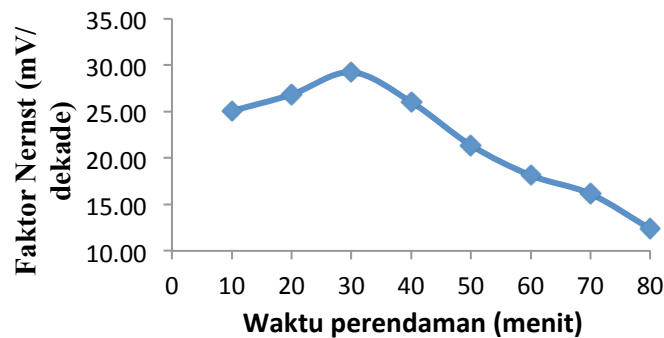
Karbon aktif merupakan salah satu bahan pendukung yang memiliki fungsi sebagai peningkatan konduktifitas membran. PVC berfungsi sebagai matriks polimer pada membran agar tidak mudah rusak. Sedangkan penambahan DOP berfungsi sebagai pemlastis atau *plasticizer* yang menyebabkan pergerakan rantai polimer semakin lentur atau fleksibel.

### **Optimasi komposisi bahan penyusun dan waktu perendaman membran ESI sulfat**

Hasil penentuan komposisi optimum dengan perbandingan perbandingan 49 % piropilit 3% karbon aktif 16% PVC 32% DOP memiliki harga Faktor Nernst yang telah mendekati harga Faktor Nernst teoritis (29,58 mV/dekade konsentrasi untuk ion divalen) yaitu 29,23 mV/dekade konsentrasi dengan batas deteksi  $1,15 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 0,1104 ppm sulfat. Harga Faktor Nernst dari komposisi membran mendekati teoritis, karena memiliki jumlah bahan aktif yang lebih banyak dibandingkan dengan DOP sehingga ion

sulfat dapat terikat dengan ionofor dikarenakan membran terlalu lentur dan bahan aktif lebih banyak terdistribusi ke fasa air.

Waktu perendaman atau penjuhan dengan larutan  $K_2SO_4$  0,4 M sebagai anion yang akan diukur dilakukan untuk menghasilkan ESI sulfat yang selektif.

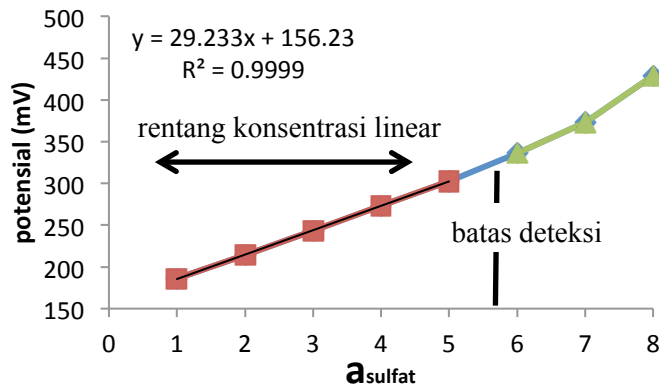


**Gambar 1.** Penentuan optimasi waktu perendaman membran

Dari data Gambar 1 dapat diketahui bahwa pada waktu perendaman optimum diperoleh pada lama perendaman 30 menit dengan harga Faktor Nernst sebesar 29,23 mV/dekade konsentrasi. Pada waktu 10 menit, ion sulfat yang berada di permukaan membran diperkirakan masih terlalu sedikit dan belum mampu berinteraksi secara ionik. Waktu perendaman optimum diperoleh pada waktu penjuhan selama 30 menit dikarenakan pada saat perendaman selama 30 menit kebutuhan air dalam membran untuk dissosiasi ion sulfat telah terpenuhi, menyebabkan interaksi secara elektrostatik pada pertukaran anion menjadi spesifik dan menghasilkan respon potensial yang dapat bersifat *Nernstian*. Untuk waktu perendaman 50–80 menit, mengalami penyimpangan dari harga Faktor *Nernst* yang diperbolehkan dikarenakan membran terlalu lama kontak dengan larutan kalium sulfat sehingga terjadi *swelling*.

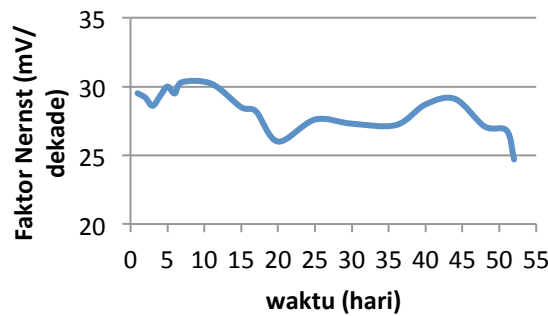
### Karakterisasi dasar ESI sulfat

Karakterisasi dari sensor potensiometri ESI sulfat dilakukan untuk mengetahui kualitas kinerja dari sensor potensiometri. ESI sulfat berbasis piropilit yang dihasilkan masih berada dalam rentangan harga Faktor Nernst yang diperbolehkan yaitu sebesar 29,23 mV/dekade konsentrasi dengan konsentrasi linier yang cukup lebar yaitu antara  $1 \times 10^{-5}$ – $1 \times 10^{-1}$  M (0,96–9600 ppm sulfat). Hal ini menunjukkan bahwa ESI sulfat yang dihasilkan memiliki kualitas yang baik jika ditinjau dari harga Faktor Nernst dan kisaran konsentrasinya.



**Gambar 2.** Harga potensial ESI sulfat berbasis piropilit

Batas deteksi dari ESI sulfat berbasis piropilit yang telah dibuat adalah  $1,06 \times 10^{-6}$  M atau (0,098 ppm sulfat), sehingga ESI sulfat tersebut dapat digunakan untuk analisis kandungan sulfat dalam perairan. Waktu respon dari ESI sulfat berbasis piropilit pada kisaran konsentrasi liniernya yaitu antara  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  M sebesar 80–30 detik. Sehingga menunjukkan bahwa ESI sulfat yang telah dibuat memiliki waktu respon 80 detik. Konsentrasi larutan mempengaruhi waktu respon, dimana semakin tinggi konsentrasi larutan maka waktu respon yang dihasilkan juga semakin cepat. Hal ini disebabkan karena pada larutan yang lebih pekat, terdapat ion sulfat lebih banyak sehingga mengakibatkan waktu kesetimbangan lebih cepat tercapai.



**Gambar 3.** Kurva hubungan harga Faktor Nernst terhadap waktu (hari)

Hasil penentuan usia pemakaian diketahui dari hubungan antara harga Faktor Nernst terhadap waktu (hari) sesuai Gambar 3. ESI sulfat berbasis piropilit memiliki rentang harga Faktor Nernst yang diperbolehkan mencapai hari ke 51 dan mengalami penurunan melebihi batas bawah harga Faktor Nernst yang diperbolehkan pada hari ke 52.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa komposisi optimum ESI sulfat berbasis piropilit diperoleh dengan perbandingan 49% : 3% : 16% : 32% (b/b) antara piropilit : karbon aktif : PVC : DOP dalam pelarut THF. Sedangkan waktu perendaman optimum untuk ESI sulfat berbasis piropilit adalah 30 menit. ESI sulfat berbasis piropilit memiliki karakteristik Nerstian dengan harga Faktor Nernst 29.23 mV/dekade konsentrasi, kisaran konsentrasi  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  M (0,96-9600 ppm), batas deteksi  $1,15 \times 10^{-6}$  M atau setara dengan 0,1104 ppm sulfat, waktu respon 80 detik, dan usia pemakaian selama 51 hari.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Minnesota Departement of Health, 2008, *Sulfate In Well Water*, <http://www.health.state.mn.us/divs/eh/wells/waterquality/sulfate.html>, diakses pada tanggal 2 Juni 2012.
2. Mahvi, A.H., H.J. Mansoorian dan Rajabizadeh, 2009, *Performance Evaluation of Electrocoagulation Process for Removal of Sulphate from aqueous Environment Using Plate Aluminium Electrodes*, *World Applied Sci. J.*, 7(12): 1526-1533.
3. Wroblewski, W., 2005, *Ion Selective Electrodes*, <http://www.csrg.ch.pw.edu.pl/tutorials/ise/>, diakses tanggal 5 Mei 2012.
4. Ningsih, R. D., 2011, *Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion (ESI) Sulfat Tipe Kawat Terlapis Bermembran Zeolit*, Skripsi, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang.
5. Sa'niyah, F., 2010, *Pembuatan dan Karakterisasi Sensor Potensiometri Sulfat Berbasis Kitosan dari Cangkang Udang Jerbung (Penaeus merguines)*, Skripsi, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang.
6. Mutrofin, S., B. Kamulyan, dan Y.P. Prananto, 2007, *Pengaruh Aktivasi HCl Pada Mineral Piropilit Sumber Manjing Malang Selatan*, *J. Natural.*, Vol. 11, No 2, Mei 2007, hal 101-108.
7. Fardiyah, Q., Atikah, dan Hermin S., 2011, *Studi Pengaruh Penambahan Karbon Terhadap Harga Faktor Nernst Dalam Pembuatan Sensor Sulfat Berbasis Zeolit*, Laporan Penelitian DPP-SPP, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.